

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-371267

(43)Date of publication of application : 26.12.2002

(51)Int.Cl.

C09K 3/14  
B24B 37/00  
C01F 17/00

(21)Application number : 2001-181519

(71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO  
LTD

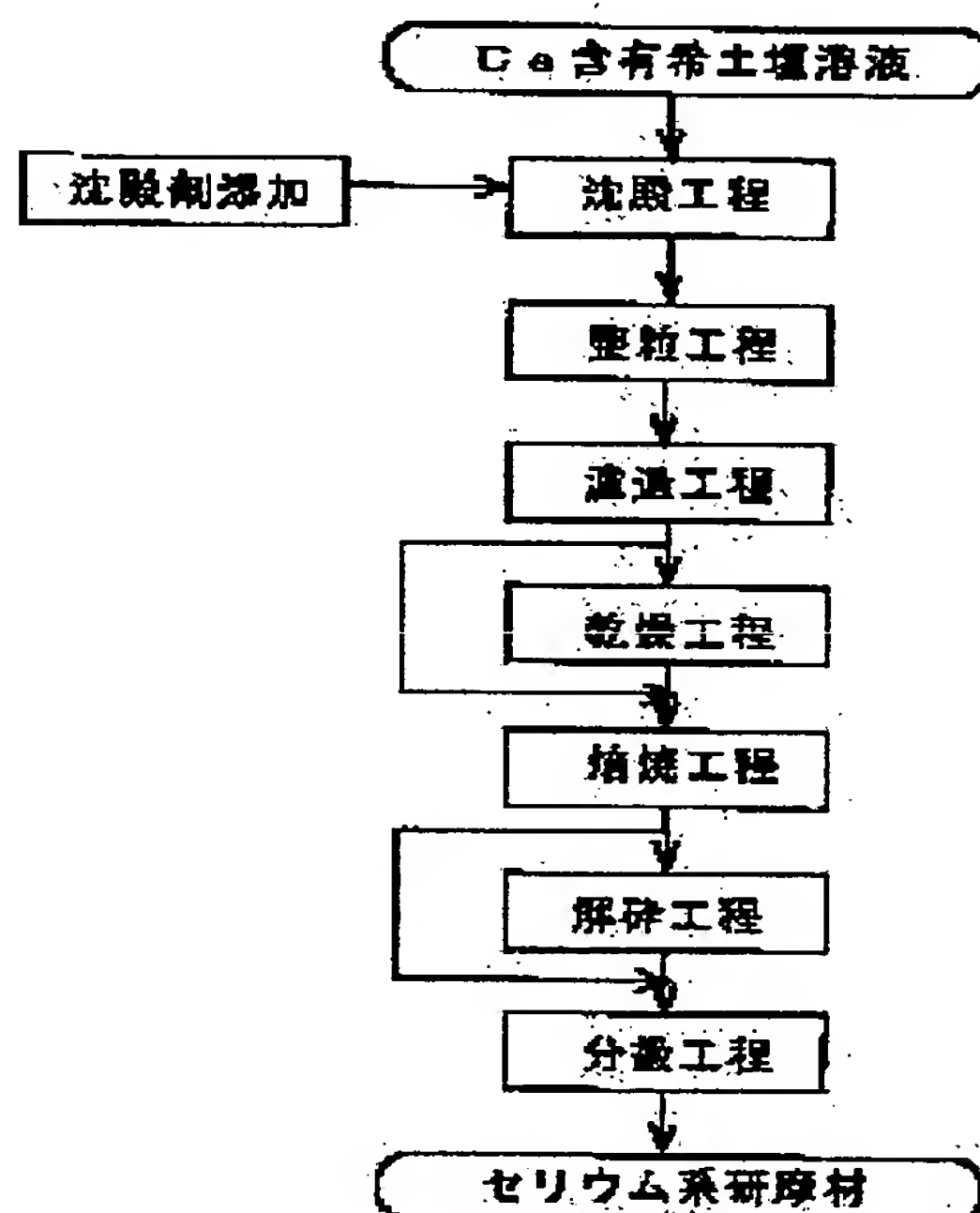
(22)Date of filing : 15.06.2001

(72)Inventor : ITO AKIFUMI  
MOCHIZUKI NAOYOSHI  
WATANABE HIROYUKI(54) METHOD FOR MANUFACTURING CERIUM-CONTAINING ABRASIVE PARTICLE AND  
CERIUM-CONTAINING ABRASIVE PARTICLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing a cerium-containing abrasive particle as a raw material of a cerium-containing abrasive where a crushing step is not required at all or considerably simplified, and a cerium-containing abrasive particle obtained by the same.

SOLUTION: The method for manufacturing a cerium-containing abrasive particle comprises a precipitating step where a slurry containing a precipitate is obtained using a rare earth metal salt solution containing cerium together with a precipitant, a particle size regulating step where the sizes of the particles in the slurry is regulated, a filtering step where the slurry is subjected to solid-liquid separation after the particle size regulating step, and a baking step where the solid obtained by the solid-liquid separation is baked. The cerium-containing abrasive particle is obtained by the manufacturing method.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-371267

(P2002-371267A)

(43) 公開日 平成14年12月26日 (2002. 12. 26)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H 4 G 0 7 6
C 0 1 F 17/00		C 0 1 F 17/00	A

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2001-181519(P2001-181519)

(22) 出願日 平成13年6月15日 (2001. 6. 15)

(71) 出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社

東京都品川区大崎1丁目11番1号

(72) 発明者 伊藤 昭文

東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金

属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメタ

ル事業部内

(74) 代理人 100108121

弁理士 奥山 雄毅

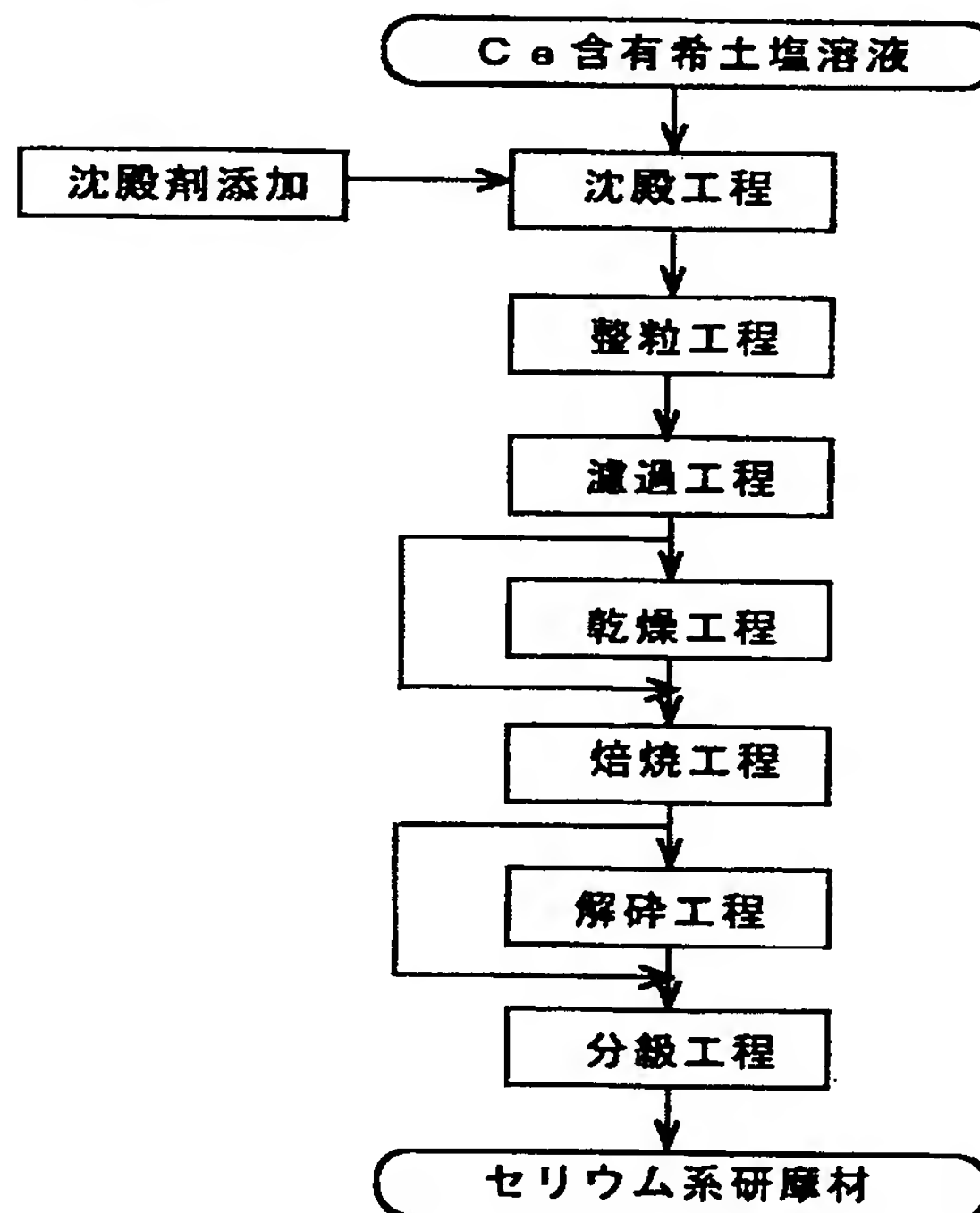
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セリウム系研磨材粒子の製造方法及びセリウム系研磨材粒子

(57) 【要約】

【課題】 セリウム系研磨材粒子の原料で、粉碎工程を全く必要としない、あるいは大幅に粉碎工程を簡略化できるセリウム系研磨材粒子の製造方法及びこれにより製造させるセリウム系研磨材粒子を提供する。

【解決手段】 セリウムを含有する希土塩溶液と沈殿剤とを使用して沈殿を含むスラリーを得る沈殿工程と、該スラリー中の粒子の大きさを整粒する整粒工程と、整粒工程後に固液分離する濾過工程と、固液分離した固体を焙焼する焙焼工程とを有するセリウム系研磨材粒子の製造方法であって、この製造方法により製造されるセリウム系研磨材粒子である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 セリウム系研磨材粒子の製造方法において、

セリウムを含有する希土塩溶液と沈殿剤とを使用して沈殿を含むスラリーを得る沈殿工程と、  
該スラリー中の粒子の大きさを整粒する整粒工程と、  
整粒工程後に固液分離する濾過工程と、  
固液分離した固体を焙焼する焙焼工程と を有することを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
前記希土塩溶液におけるセリウムの含有率が、全希土類酸化物換算量 (TREO) に対して酸化セリウムに換算した含有率で、30wt%以上であることを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
前記沈殿剤が、炭酸塩、炭酸水素塩、蓚酸塩、あるいはアンモニウム塩のうち少なくとも 1 種以上を含むことを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 4】 請求項 3 に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
前記沈殿剤が、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、あるいは蓚酸アンモニウムであることを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1 又は 2 に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
前記沈殿剤が、尿素であることを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 6】 請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
前記沈殿工程における沈殿剤の濃度を 0.1~1.0mol/L にするとともに、  
前記整粒工程で使用する遊離沈殿剤の濃度を 0.01~1.0mol/L にし、かつ、  
整粒時のスラリーの液温を 60℃~100℃にすることを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 7】 請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
整粒後のスラリー中の粒子のレーザー回折法粒度分布測定における累積 10% 粒径、累積 50% 粒径、累積 90% 粒径をそれぞれ D10、D50、D90 と表す時に、  
0.05 μm ≤ D50 ≤ 2.0 μm であり、かつ D90/D10 ≤ 15 であることを特徴とするセリウム系研磨材粒子の製造方法。

【請求項 8】 請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、  
整粒後のスラリー中の粒子であって、粒径が 10 μm 以上の粒子の量が、スラリー中の粒子の量に対して 500ppm 以下であることを特徴とするセリウム系研磨材粒

子の製造方法。

【請求項 9】 請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法を用いて製造されることを特徴とするセリウム系研磨材粒子。

【請求項 10】 請求項 9 に記載のセリウム系研磨材粒子において、

10 μm 以上の粗粒子の含有率が、1000wtppm 以下であることを特徴とするセリウム系研磨材粒子。

【請求項 11】 請求項 9 又は 10 に記載のセリウム系研磨材粒子において、  
磁性粒子の含有率が、300wtppm 以下であることを特徴とするセリウム系研磨材粒子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セリウム系研磨材粒子の製造方法に関し、特に、原料を粉砕しなくても粗粒子の含有率が少ない研磨材が得られ、また、原料を全くあるいはほとんど粉砕しないため磁性粒子等の異物の混入を防止することができるセリウム系研磨材粒子の製造方法に関するものである。また、この製造方法により製造され、ガラス研磨用、半導体研磨用等の種々の研磨に使用可能で、特に、ハードディスク用又は液晶用のガラス基板の研磨に適する、セリウム系研磨材粒子に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、光ディスクや磁気ディスク用ガラス基板、アクティブマトリックス型 LCD、液晶 TV 用カラーフィルター、時計、電卓、カメラ用 LCD、太陽電池等のディスプレイ用ガラス基板、LSI フォトマスク用ガラス基板、あるいは光学用レンズ等のガラス基板や光学用レンズ等の様々な用途にガラス材料が用いられている。これらのガラス材料は、光の散乱を防ぐために高精度な表面を得ることが要求されている。希土類酸化物、特に酸化セリウム (CeO<sub>2</sub>) を主成分とする研磨材粒子 (以下、「セリウム系研磨材粒子」と記す。) は、ガラスの研磨において酸化ジルコニウム (ZrO<sub>2</sub>)、二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>)、アルミナ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 等と比べて研磨力が高く研磨速度が大きいことと、研磨後のガラス表面が滑らかに研磨される等の利点がある。

【0003】従来、セリウム系研磨材粒子の原料として使用されるものとして、バストネサイト精鉱、炭酸希土又は酸化希土等がある。図 2 は、セリウム等の希土類を含有する鉱石からセリウム系研磨材粒子の原料を製造する工程を示すフローチャートである。これらの原料の製造方法は、まず、少なくともセリウムを含む希土類を含有する鉱石 (バストネサイト鉱石、重砂、鉄白雲石等) を選鉱処理 (選鉱、酸浸出等) により、その他の有価物及び不要な脈石を取り除いて希土類精鉱 (バストネサイト精鉱、モナザイト精鉱、中国複雑鉱精鉱等) を得る。



次に、希土類精鉱を化学処理（アルカリ分解、硫酸分解、水酸化物分別沈殿等）を実施して不純物を低減し、さらに必要に応じて溶媒抽出によりネオジム等の希土類を低減することにより、セリウム含有希土塩溶液を得る。このセリウム含有希土塩溶液に沈殿剤（炭酸水素アンモニウム、アンモニア水、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、蔞酸等）を添加して沈殿（炭酸希土、水酸化希土、蔞酸希土等）を得る。これらの沈殿を高温で焙焼すれば酸化希土が得られる。また、セリウム含有希土塩溶液は運搬又は貯蔵にコストがかかるため、加熱濃縮後、放冷、固化して塩化希土等にしてから、運搬又は貯蔵した後、水又は希酸にて溶解して、再びセリウム含有希土塩溶液として使用する場合もある。

【0004】また、これらの原料（バストネサイト精鉱、炭酸希土、水酸化希土等）を用いてセリウム系研磨材を製造する工程は、図3に示すように、まず原料を粉碎してから、必要に応じて、鉱酸処理、フッ化処理等の化学処理した後、乾燥、焙焼、解砕、分級してセリウム系研磨材粒子を得ている。しかしながら、これらの原料は製造条件が最適化されていないために、1次粒子が大きかったり、1次粒子は小さくとも強く凝集して大きな粒子になっている。従って、これらの原料は十分粉碎してから使用しないと、得られる研磨材中の粗粒子が多くなり、研磨傷が発生するという問題点がある。しかし、十分粉碎しても、粒度分布の幅の広い微粒子となり、焙焼時の焼結を均一に制御することができず、異常粒成長が起こり、粗粒子の生成を抑制するのは困難であるという問題点がある。また、粉碎を十分実施すると、粉碎装置、粉碎媒体から磁性粒子等の異物の混入を防ぐことが困難で、研磨材中に残留すると研磨傷の原因となるため、例えば、磁石等により磁性粒子を除去する工程が必要となるという問題点がある。

#### 【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は、上記問題点に鑑みてなされたものであり、炭酸希土、蔞酸希土、水酸化希土等を得る段階で、沈殿条件を最適化し、沈殿後粒度の調整を行うことで、セリウム系研磨材粒子の製造における原料の粉碎工程を全く必要としない、あるいは原料の粉碎工程を大幅に簡略化できるセリウム系研磨材粒子の製造方法を提供することを課題とする。さらに、本発明は、セリウム系研磨材粒子を製造するための原料の粉碎工程における異物の混入を防止するセリウム系研磨材粒子の製造方法を提供することを課題とする。また、これらのセリウム系研磨材粒子の製造方法により粗粒子及び異物をほとんど含まないセリウム系研磨材粒子を提供することを課題とする。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を達成するために、請求項1に記載の発明は、セリウム系研磨材粒子の製造方法において、セリウムを含有する希土塩溶液

と沈殿剤とを使用して沈殿を含むスラリーを得る沈殿工程と、該スラリー中の粒子の大きさを整粒する整粒工程と、整粒工程後に固液分離する濾過工程と、固液分離した固体を焙焼する焙焼工程とを有するセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項2に記載の発明は、請求項1に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、前記希土塩溶液におけるセリウムの含有率が、全希土類酸化物換算量（TREO）に対して酸化セリウムに換算した含有率で、30wt%以上であるセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項3に記載の発明は、請求項1又は2に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、前記沈殿剤が、炭酸塩、炭酸水素塩、蔞酸塩、あるいはアンモニウム塩のうち少なくとも1種以上を含むセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項4に記載の発明は、請求項3に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、前記沈殿剤が、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウム、あるいは蔞酸アンモニウムであるセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項5に記載の発明は、請求項1又は2に記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、前記沈殿剤が、尿素であるセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項6に記載の発明は、請求項1ないし5のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、前記沈殿工程における沈殿剤の濃度を0.1～10mol/Lにするとともに、前記整粒工程で使用する遊離沈殿剤の濃度を0.01～1mol/Lにし、かつ、整粒時のスラリーの液温を60℃～100℃にするセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項7に記載の発明は、請求項1ないし6のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、整粒後のスラリー中の粒子のレーザー回折法粒度分布測定における累積10%粒径、累積50%粒径、累積90%粒径をそれぞれD10、D50、D90と表す時に、 $0.05\mu\text{m} \leq D50 \leq 2.0\mu\text{m}$ であり、かつ  $D90/D10 \leq 15$  であるセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。請求項8に記載の発明は、請求項1ないし7のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法において、整粒後のスラリー中の粒子であって、粒径が10μm以上の粒子の量が、スラリー中の粒子の量に対して500ppm以下であるセリウム系研磨材粒子の製造方法とする。

【0007】請求項9に記載の発明は、請求項1ないし8のいずれかに記載のセリウム系研磨材粒子の製造方法を用いて製造されるセリウム系研磨材粒子とする。請求項10に記載の発明は、請求項9に記載のセリウム系研磨材粒子において、10μm以上の粗粒子の含有率が、1000wtppm以下であるセリウム系研磨材粒子とする。請求項11に記載の発明は、請求項9又は10に記載のセリウム系研磨材粒子において、磁性粒子の含有率が、300wtppm以下であるセリウ

ム系研磨材粒子とする。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を詳細に説明する。最初に、セリウム系研磨材粒子の製造方法について説明する。図1は、本発明のセリウム系研磨材粒子の製造方法に係る製造工程を示すフローチャートである。本発明のセリウム系研磨材粒子の製造方法において使用するセリウム含有希土塩溶液としては、従来の技術に記載のセリウム系含有希土塩溶液（塩化希土等を再溶解した場合も含む。）を使用するのが一般的であるが、これに限定するものではなく、例えば、炭酸希土あるいは高純度炭酸セリウムを酸で溶解した溶液であってもよい。また、セリウム含有希土塩溶液の希土塩としては、水溶性又は希酸に溶解する塩であれば特に限定されないが、塩化物、硝酸塩、硫酸塩、過塩素酸塩等が例示される。塩の溶解度、セリウム含有希土類塩溶液製造コスト及び廃水处理コストの点から希土塩は塩化物であるのが最も好ましい。さらに、セリウム含有希土塩溶液は水及び希土塩の他に少量の酸を含んでいてもよい。酸の種類はフッ酸等、希土と難溶性の塩を形成する酸でなければ特に限定されないが、通常は塩の種類に関連した酸、例えば、塩化物の場合は塩酸、硝酸塩の場合は硝酸であることが多い。セリウム含有希土類塩溶液が含む酸の量は、 $1\text{ mol/L}$ 以下であることが好ましい。 $1\text{ mol/L}$ を越えると中和に消費される中和剤又は沈殿剤の量が多くなりコスト高になる。

【0009】また、セリウム含有希土塩溶液の希土塩濃度は、TREOに換算して $2\sim 200\text{ g/L}$ であるのが好ましく、 $5\sim 100\text{ g/L}$ であればさらに好ましい。 $2\text{ g/L}$ 未満では生産性が低いし、 $200\text{ g/L}$ を越えると沈殿発生時の粘度が高く、均質なブロックからなる沈殿を得ることが困難になるために好ましくない。また、セリウム含有希土塩溶液のセリウムの含有率は、TREOに対する酸化セリウム換算量で $30\text{ wt\%}$ 以上であるのが好ましく、 $50\text{ wt\%}$ 以上であればさらに好ましい。セリウム含有希土塩溶液のTREOに対する酸化セリウム換算量で $30\text{ wt\%}$ 未満であると、得られる研磨材の研磨速度が実用上許容できない程度まで低下するためである。

【0010】セリウム含有希土塩溶液が酸を含む場合には、アンモニア等の中和剤を添加して沈殿が残留しない範囲で予備中和をしておいてもよい。中和剤は後述の沈殿剤のうち、その水溶液がアルカリ性のものあるいはその沈殿剤を含む溶液であってもよい。予備中和では、一時的に沈殿が生成しても最終的には溶けてしまうため、中和剤の添加速度は次工程で生成する沈殿の性状には影響しない。

【0011】また、セリウム含有希土塩溶液は、フッ素を含有していたとしても微量であり、本発明において、フッ素を含有しない沈殿剤を使用して、後述のフッ化処

理を行わなければ、フッ素を全く含有していないか、微量含有している研磨材を製造することも可能である。

【0012】本発明では、セリウム含有希土塩溶液と沈殿剤を使用して、セリウムを含む希土を沈殿させてスラリーを得る。希土塩溶液は予備中和されたものであってもよい。本発明で使用する沈殿剤とは、沈殿剤そのものだけではなく、沈殿剤を含む溶液も含まれる。沈殿剤としては、得られる希土類元素を含む沈殿（希土沈殿）の溶液への溶解度が低いものであれば限定されないが、蓚酸、蓚酸塩、炭酸塩、炭酸水素塩、アンモニア水、アンモニウム塩、尿素等を使用することができる。蓚酸、アンモニア水のような単なる酸、アルカリではなく、蓚酸塩、炭酸水素塩、アンモニウム塩のような塩類の方が、反応が穏やかで、 $\text{pH}$ 緩衝能力があり粒子が適度に凝集しやすいために好ましい。特に、蓚酸アンモニウム、炭酸アンモニウム、炭酸水素アンモニウムはアルカリ金属、アルカリ金属塩を含んでおらず、焙焼時に異常粒成長が起こりにくいために好ましい。また、尿素を沈殿剤として使用すると、尿素が徐々に加水分解することにより、沈殿も特にゆっくり生成するために、他の沈殿剤を使用した場合に比べて、更に均一な沈殿が得られる。これらの沈殿剤は、1種類だけ使用してもよいが、複数組み合わせ使用してもよい。また、沈殿剤と共に、 $\text{pH}$ 調整剤や分散剤等を使用してもよい。

【0013】固形の沈殿剤の場合には、セリウム含有希土塩溶液に沈殿剤を添加するが、液体の沈殿剤の場合あるいは沈殿剤を含む溶液を使用する場合は、セリウム含有希土塩溶液に液体の沈殿剤を添加してもよいし、液体の沈殿剤中にセリウム含有希土塩溶液を添加してもよいし、希土塩溶液と沈殿剤とを同時に、沈殿槽に添加してもよい。希土塩溶液と液体の沈殿剤を同時に添加するのが均一な沈殿を得やすいために好ましい。固形の沈殿剤の場合は、固形のまま使用すると均一に添加することが困難で、局部的に沈殿剤濃度が高くなりやすく、得られる沈殿が不均一になりやすいために、水等の溶媒に溶解してから使用することが好ましい。また、液体の沈殿剤の場合も得られる沈殿の均一性の点から、水等の溶媒に希釈してから使用することが好ましい。

【0014】沈殿工程で使用する沈殿剤濃度としては、 $0.1\sim 10\text{ mol/L}$ が好ましい。 $0.1\text{ mol/L}$ 未満では液量が増えるため大きな設備が必要となり、廃水处理コストも増大する。 $10\text{ mol/L}$ を越えると得られる沈殿が不均一になりやすい。この沈殿工程における温度は沈殿剤の種類と目的とする粒径によって異なるが概ね $0\sim 60^\circ\text{C}$ が好ましい。 $0^\circ\text{C}$ 未満では、凍結のおそれがあると同時に冷却にコストがかかる。 $60^\circ\text{C}$ を超えると、生成する沈殿の粒子が強く凝集した大きな粒子となってしまうおそれがある。ただし、尿素を沈殿剤とした場合の沈殿工程における温度は、 $60\sim 200^\circ\text{C}$ が好ましく、 $60\sim 100^\circ\text{C}$ であれば更に好ましい。 $60^\circ\text{C}$ 未満



では、尿素の加水分解速度が遅く実用的でなく、200℃を超えると尿素の加水分解速度が速すぎて、得られる沈殿の粒子の大きさが不均一になる。また、100℃以下であれば、オートクレーブ等の加圧装置が不要なためコストの点で有利である。尿素の場合、特に温度を変えることで尿素の加水分解速度及び沈殿生成速度を容易に制御可能で、粒子の大きさを目的に応じて容易に制御できる。

【0015】沈殿剤もしくは希土塩溶液の添加は、0.5～24時間かけて行うことが好ましい。0.5時間未満では不均一な沈殿が生成しやすくなり、24時間を超えると生産効率上好ましくない。ただし、尿素の場合には最初に尿素の全量を希土塩溶液に一度に混合してもよい。これは、尿素が徐々に加水分解して沈殿を生成するために、尿素が多くあっても急激に反応することがないからである。また、沈殿剤の使用量は希土塩溶液の希土との当量以上であって、沈殿後のスラリーの溶液中に残留する沈殿剤濃度が1mol/L以下の量であるのが好ましい。希土との当量未満であると希土の損失となり、沈殿後のスラリーの溶液中に残留する沈殿剤濃度が1mol/Lを越えると廃水处理のコストが高くなる。セリウムを含む希土を沈殿させるとき、希土塩溶液と沈殿剤が均一混合状態であることが均一な沈殿生成に必要なため、高速混合することが好ましく、例えばホモジナイザーを用いて攪拌混合することが特に好ましい。ただし、沈殿剤が尿素の場合には、低速で混合しても、他の沈殿剤を使用して高速混合するのと同等あるいはより均一な沈殿が得られる。

【0016】セリウム含有希土塩溶液と沈殿剤を使用して、セリウムを含む希土を沈殿させてスラリーを得た後、整粒を行い適度な大きさの柔らかい凝集体を得る。整粒前の沈殿粒子は、沈殿剤の添加速度等を制御することによって、大きさをそろえることができるが、なお微粒子を多く含んでおり、粒子の均一性は不十分である。したがって、沈殿粒子の整粒を行い、粒子を均一にする必要がある。整粒を行わないと、焙焼時、焼結が均一に進行せず、粗粒子及び微粒子が多い、すなわち、粒度分布の幅広い研磨材となり、粗粒子の影響で研磨傷が発生しやすく、微粒子の影響で研磨材が研磨面に残留しやすくなる。整粒は、沈殿剤を微過剰に含む状態で、液温を60℃以上に保持し、スラリーを攪拌することにより行うことができる。微過剰の沈殿剤濃度としては、0.01～1mol/Lであることが好ましい。0.01mol/L未満では整粒効果があまり得られず、1mol/Lを越えると沈殿剤のコスト及び廃水处理のコストが高くなる。微過剰の沈殿剤はスラリーを得る工程が終了したときすでに含有していてもよいが、整粒の前に別に添加してもよい。別に添加する場合はスラリーを得る工程にて使用したのと別の沈殿剤を使用することもできる。

【0017】また、液温としては60℃～250℃が好

ましく、60～100℃であればより好ましい。60℃未満であると、整粒効果がほとんど得られず、微粒子が多く残り、また、250℃を超えると粒子の強い凝集が起こるため、焙焼後の解砕だけでは不十分で焙焼前に原料の粉砕が必要となってくる。また、100℃以下であれば、オートクレーブ等の加圧装置が不要となるためコストの点で有利である。ただし、オートクレーブ等を使用して100℃を超える温度で処理すると、整粒が短時間で終了する、及び沈殿の結晶性が向上して、得られる研磨材粒子の研磨速度がさらに向上するという利点がある。このため、精密研磨用でありながら研磨速度も特に優れていることが要求される研磨材の場合には、オートクレーブ等を使用して処理することも考えられる。また、整粒工程では、必要に応じて、酸やアルカリによりpH調整を行ったり、分散剤を使用することができる。このような条件下でスラリーを攪拌しながら、1～24時間保持する。1時間未満であると整粒効果が不十分となりやすく、24時間を超えると整粒はもはやほとんど進行しないばかりか、凝集効果が大きくなりすぎる場合もある。スラリー濃度及び攪拌力については、スラリー全体の攪拌ができる範囲で選択してもよい。以上のように沈殿・整粒したスラリーは、適度な大きさの柔らかい沈殿であるために、従来のセリウム系研磨材原料であるバストネサイト精鉱、炭酸希土、酸化希土等と異なり粉砕しなくても使用可能である。

【0018】また、この整粒工程の前又は整粒工程と同時に、スラリー中のフロックをほぐす目的で、ビーズミル、ボールミル、アトライタ等による粉砕あるいは超音波分散等を行うことも選択できる。特に、超音波分散は、研磨材粒子に異物混入を防止する手段として最も好ましい。ビーズミル、ボールミル、アトライタ等による粉砕も、従来は大きな一次粒子や固く凝集した沈殿を十分粉砕する必要があったのとは異なり、柔らかい凝集体をほぐすためであり、粉砕媒体として、プラスチックボール等の異物とならない材質を使用することができる。プラスチックボールは、削れたり割れたりしたとしても後の焙焼工程で燃えてなくなってしまう。

【0019】整粒後のスラリー中の粒子は、レーザー回折粒度分布測定における累積10%粒径、累積50%粒径、累積90%粒径をそれぞれD10、D50、D90としたとき、D50は、0.05μm～2.0μmであるのが好ましく0.1～1.0μmであればさらに好ましい。D50が0.05μm未満であると得られる研磨材の研磨速度が低く、2.0μmを越えると得られる研磨材で研磨すると研磨傷が発生しやすくなる。なお、ここで、例えば、累積50%粒径とは、積算分布曲線の50%に相当する粒子径をいう。D90/D10は15以下であるのが好ましく、10以下であればさらに好ましい。D90/D10が15を越えると粒子の分布が広くなり、さらに粒子の大きさが不揃いであるために、後の

焙焼時に焙焼が均一に進行せず、異常粒成長が起こりやすく、粗粒子が多くなる。また、 $D90/D10$ は1以上の値しか取りえないが、1.5以上が好ましく、2以上であればさらに好ましい。 $D90/D10$ が1.5未満のものは、特別に厳密な条件にて沈殿及び整粒を行わなければならないことが困難でコスト高になる。

【0020】また、整粒後のスラリー中の粒子は、粒径 $1\mu\text{m}$ 以上の粗粒子の量が、スラリー中の粒子に対して500ppm以下であることが好ましく、200ppm以下であることがさらに好ましく、100ppm以下であることが最も好ましい。整粒後のスラリー中の粗粒子が500ppmを越えると、粉砕しないで製造した研磨材粒子は粗粒子が1000ppmを越えてしまい、研磨傷が多く発生する。整粒後のスラリー中の粗粒子が200ppm以下では、得られる研磨材中の粗粒子が少なく、研磨傷の発生も少なく仕上げ研磨用に使用可能である。特に、整粒後のスラリー中の粗粒子が100ppm以下であると、得られる研磨材中の粗粒子が非常に少なく、研磨傷の発生も非常に少ないために、仕上げ研磨用として最適である。

【0021】また、本発明においては、フッ化処理は必須ではないが、フッ化処理を行うことにより、最終製品であるセリウム系研磨材粒子中に必要に応じてフッ素を含有させて研磨力を高めることが可能である。フッ素を含有させるフッ化処理は沈殿生成後から整粒終了後の任意の工程で実施可能である。フッ化処理は、フッ化アンモニウム、フッ酸等のフッ素含有物質を添加することにより行う。フッ化処理はセリウム系研磨材粒子中で目的とするフッ素含有率となるように、焙焼による揮発分を考慮して行う。整粒が終了したスラリー又はさらにフッ化処理したスラリーを、濾過、乾燥、焙焼、解砕、分級してセリウム系研磨材粒子を製造する。濾過以降の工程については、公知の技術を任意に組み合わせて使用可能であるが、以下にその概略を説明する。

【0022】濾過は、フィルタープレス、真空濾過機、ベルトフィルター等の濾過機を用いて、布等の濾材を通して溶液を抜き出して、原料を濾材上に残す操作である。さらに、乾燥は、濾材上の原料（濾過ケーキ）の水分を大部分除去して、焙焼し易くする操作である。乾燥は実施しないで、濾過したケーキを直接焙焼してもよいが、乾燥を実施することにより焙焼がより均一に進行するため、乾燥を実施するのが好ましい。また、逆に、スラリーを濾過しないで、噴霧乾燥、振動流動乾燥等により直接乾燥してもよい。

【0023】次に、乾燥された原料を焙焼する。焙焼としては、水酸化希土等の希土沈殿物を酸化して希土沈殿物中のセリウムを酸化セリウムにする必要であり、焙焼温度としては $400^{\circ}\text{C}$ 以上を必要とするため $600\sim 1100^{\circ}\text{C}$ で、好ましくは $700\sim 1000^{\circ}\text{C}$ の範囲であり、焙焼時間は、バッチ式では1～48時間、連続式で

は0.2～8時間が好ましい。焙焼は、電気炉、ロータリーキルン等を用いることができる。雰囲気は酸化性雰囲気がよく通常大気中で行う。この焙焼により、含有するフッ素は、大部分は $\text{LnOF}$ 又は $\text{LnF}_3$ （Lnは、La、Nd等のランタノイド系列の希土類金属を表す。）となって研磨材中に残留する。焙焼温度が高いと、粒子の焼結が促進され、研磨材粒子の成長が進み、研磨材として必要な研磨速度が得られる。

【0024】次いで、分級してセリウム系研磨材とする。ここで、分級前に解砕しても良い。解砕は、ジェットミル、ターボミル、ビーズミル、ボールミル、アトライタ等の粉砕器を用いることができる。解砕は、乾式で行うことが好ましい。分級は、風力分級機等を用いることができる。

【0025】また、ここで、上述したセリウム系研磨材粒子の製造方法によるセリウム系研磨材粒子について説明する。本発明のセリウム系研磨材粒子は、 $D50$ を $0.1\mu\text{m}\sim 3.0\mu\text{m}$ にするのが好ましい。セリウム系研磨材粒子が大きくなるにつれて、研磨力が大きくなるが、ガラス材料の研磨表面に研磨傷が発生する。従って、 $D50$ が、 $0.1\mu\text{m}$ 未満では、研磨表面が滑らかで研磨精度は高いが、研磨力が小さいために研磨速度が低い。 $3.0\mu\text{m}$ を超えると、研磨力が大きくて研磨速度が速いが、研磨表面の研磨傷が多く発生するとともに研磨面の平滑性が低い。また、本発明のセリウム系研磨材粒子は、 $D90/D10$ が20以下であるのが好ましく、15以下であればさらに好ましい。 $D90/D10$ が20を超えると、粗粒子及び微粒子が多くなり、粗粒子の影響で研磨傷が多く発生しやすくなり、微粒子の影響で研磨面への残留研磨材が多くなりやすい。さらに、本発明のセリウム系研磨材粒子は、 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子の含有率が1000ppm以下であることが好ましい。1000ppmを超えると研磨傷が多く発生する。また、本発明のセリウム系研磨材粒子は、磁性粒子の含有率が300ppm以下であることが好ましい。300ppmを超えると研磨傷が多く発生する。尚、本発明のセリウム系研磨材粒子は、半導体研磨用にも使用可能であるが、従来の半導体用研磨材では、研磨速度が低すぎて研磨することが困難であったハードディスク用または液晶用のガラス基板の研磨に特に適する。ハードディスク用または液晶用のガラス基板の研磨材であって、特に精密研磨に使用するセリウム系研磨材粒子は、研磨傷及び残留研磨材がほとんどないことが要求されるため、本発明のセリウム系研磨材粒子の中でも、 $D50$ が $0.1\sim 1.2\mu\text{m}$ 、 $D90/D10$ が15以下、 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子含有率が300wtppm以下、磁性粒子含有率が100wtppm以下であることが好ましい。

【0026】以上が、本発明のセリウム系研磨材粒子の製造方法及びセリウム系研磨材粒子である。なお、本発明のセリウム系研磨材粒子は、 $\text{CeO}_2$ 含有率は、TR



EO（ここで、「TREO」は「全希土類酸化物換算量」をいう。）中の30wt%以上含有されていることが好ましく、50wt%以上であることがさらに好ましい。TREO中のCeO<sub>2</sub>含有率が30wt%未満では、得られる研摩材の研摩速度が低い。また、CeO<sub>2</sub>以外の希土類酸化物として、酸化ランタン（La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）、酸化ネオジム（Nd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）、酸化プラセオジム（Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>）、酸化サマリウム（Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）等の希土類酸化物が含まれていてもよい。また、例えば、Si、Al、Na、K、Ca、Ba、P、S、Cl等が残留してもよい。しかしながら、TREOとフッ素との合計量が、90wt%以上であることが好ましく、95wt%以上であることがさらに好ましい。TREOとフッ素の合計量が90wt%未満であるとその他の不純物が多すぎて、悪影響を及ぼすからである。

#### 【0027】

【実施例】以下に、本発明の好適な実施例について説明する。

（実施例1）はじめに、中国産塩化希土（TREO：46wt%、CeO<sub>2</sub>/TREO：55%）を水に溶かしてセリウム含有希土塩溶液（塩化希土溶液）を得る。この中国産塩化希土溶液は、TREOが80g/L、総希土類金属イオン濃度が0.474mol/Lの塩化希土液に調整する。この塩化希土液を10L、また、沈殿剤として、1mol/Lの炭酸アンモニウム水溶液を8.2L用意した。これらの溶液を定量ポンプで、高速攪拌機（三田村理研工業（株）社製：マルチ・ディパーザ X40/38型）を配設した混合槽へ液送する。なお、液送方法としては、高速攪拌機の回転速度を5,000rpmとし、混合スラリーのpHが6～8の範囲になるようにそれぞれの溶液の液送速度を調整する。塩化希土液の液送が終了したところで、炭酸アンモニウム水溶液の液送を一旦停止する。このとき、炭酸アンモニウム水溶液は約1L残っていた。その後、残りの炭酸アンモニウム水溶液約1Lを追加して、さらに水を追加して、全スラリー量を20Lとした。このとき、過剰の沈殿剤は、約0.05mol/Lであった。このスラリーを、さらに高速攪拌機の回転速度を20,000rpmまで上げ、10分間分散を行った。その後、スラリーを昇温装置のある槽に移送した後、ゆっくり攪拌しながら80℃まで昇温し、昇温終了後、この状態で8時間保持して整粒した。また、沈殿生成時は特に温度制御をしていなかったが、ほぼ20℃であった。得られたスラリー中の粒子の特性を以下のように測定して表1に示す。

【0028】スラリー中の粒子の粒度分布測定は、以下のように行った。粒子として約0.1gを含むスラリーを0.1wt%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液100mlに入れ、超音波ホモジナイザー（（株）日本精機製作所 MODEL US-300T）にて300Wで10分間かけて分散した。得られた分散液を一部取り、マイ

クロトラック（日機装（株） マイクロトラックMK-II粒度分析計 SPA MODEL 7997-20）にて、粒度分布を測定して、D10、D50及びD90を得た。また、D10及びD90からD90/D10を計算した。また、粗粒子含有率の測定は、以下のように行った。固形分がほぼ一定量となるようにスラリーを採取して、これを水に分散させ、さらに、分散剤としてヘキサメタリン酸ナトリウムを加えて、超音波分散させ、スラリーを作製した。このスラリーを孔径10μmのマイクロシープで濾過し、篩上の残滓を回収する。この残滓を再度ヘキサメタリン酸ナトリウム溶液中に分散させて、再度スラリー化し、孔径10μmのマイクロシープで濾過する。再度回収した残滓を十分乾燥させた後、秤量して、別に正確な固形分量を求めて割ることにより、粗粒子の含有率を計算する。

【0029】次に、スラリーに対し、10mol/Lの濃度のフッ酸を加え、研摩材粒子粉末重量に対して、6wt%のフッ素を含有するようにフッ化処理を行った後、スラリーを濾過し、乾燥し、さらに静置炉で1,000℃、3時間焙焼した。その後、解砕し、さらに10μm以上の粒子を低減するために空気分級を実施して、セリウム系研摩材粒子を得た。得られたセリウム系研摩材粒子の特性を表2に示す。

【0030】また、粗粒子含有率の測定は、スラリーの場合と大差はないが、研摩材を一定量採取して測定すればよく、スラリーの場合のように固形分を別に測定する必要はない。磁性粒子の測定は、以下のように測定する。研摩材を一定量秤量採取して、これを水に分散させ、さらに、分散剤としてヘキサメタリン酸ナトリウムを加えて、超音波分散させ、スラリーを作製した。このスラリーに高磁束密度の磁石を浸漬した。次に、磁石を取り出して、洗浄して付着物を回収する。次に、回収した付着物をヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液に分散させて再度スラリー化し、高磁束密度の磁石を浸漬する。この操作を5回繰り返して、磁性を有する異物を回収する。回収した異物は、十分乾燥させた後、秤量して、異物の含有率を測定する。また、粒度分布測定は、研摩材粒子を約0.1gを使用する以外はスラリーの場合と同じである。また、比表面積の測定は、JIS R 1626「ファインセラミックス粉体の気体吸着BET法による比表面積の測定方法」に記載の流動法のうち一点法にて実施した。

【0031】次に、得られたセリウム系研摩材粒子を用いて研摩試験として、研摩値、研摩傷、残留研摩材について評価する。研摩試験における研摩値は、セリウム系研摩材を水に分散させて10wt%のセリウム系研摩材スラリーにして用いた。研摩試験は、研摩値と傷を評価した。研摩値は、オスカー型研摩試験機（台東精機（株）社製HSP-2I型）で、65mmφの平面パネル用ガラス材料を、ポリウレタン製の研摩パッドを用いて研摩



した。研磨条件は、回転数180rpmでガラス材料を回転させ、パッドを、圧力100g/cm<sup>2</sup>で10分間研磨した。研磨前後の重量を測定し、研磨量を求め、比較例3を100とした相対値で表す。また、研磨傷は、研磨後の平面パネル用ガラスの表面に、光源30万ルクスのハロゲンランプを照射して、反射法にてガラス表面を観察して、研磨傷の程度（大きさ及び個数）により点数付けをし、100点満点からの減点法で評価した。表3では、「◎」は95点以上100点以下であれば精密研磨用に非常に好適であることを、「○」は90点以上

95点未満であれば精密研磨用に好適であることを、「△」は80点以上90点未満であれば一般研磨用として使用可能であることを、「×」は80点未満であれば研磨材として不適であることを示している。残留研磨材は、研磨後のガラスを純水中で、超音波洗浄機を用いて洗浄した後、無塵状態で乾燥させ、その表面を光学顕微鏡にて観察し、ガラス表面に付着している残留研磨材の有無を観察した。表3では、「◎」は残留研磨材がほとんどなく、精密研磨用として好適であることを示し、

「○」は残留研磨材が若干あるが少なく、一般研磨用として好適であることを示し、「×」は残留研磨材が多く、研磨材として不適であることを示している。

【0032】（実施例2）実施例1と同じTREO80g/Lの塩化希土液10Lを、実施例1では整粒工程に使用して沈殿工程には使用しなかった昇温装置のある槽に張り、ゆっくり攪拌しながら80℃まで昇温し、尿素的濃度が1mol/Lの尿素水溶液を1時間かけて定量ポンプで、8.2Lを添加した。添加終了後に、水を追加して、全スラリー量を20Lとした。さらに、ゆっくり攪拌し、80℃で8時間保持して整粒した。得られるスラリー中の粒子の特性を表1に示す。次に、実施例1と同じように、フッ化処理を行った後、スラリーを濾過し、乾燥し、さらに静置炉で1,000℃、3時間焙焼した。その後、解砕し、さらに10μm以上の粒子を空気分級で低減し、セリウム系研磨材粒子を得た。得られたセリウム系研磨材粒子の特性を表2に示す。また、得られたセリウム系研磨材粒子を用いて研磨試験を行った結果を表3に示す。

【0033】（比較例1）実施例1と同じTREO80g/Lの塩化希土液10Lを定量ポンプで、整粒に使用した昇温装置のある槽に張り、ゆっくり攪拌しながら70℃まで昇温し、炭酸アンモニウムの濃度が1mol/L

の炭酸アンモニウム水溶液を1時間かけて定量ポンプで、8.2Lを添加した。次に、整粒は実施しない、フッ化処理以降の処理は実施例1と同じように行い、セリウム系研磨材粒子を得た。得られたセリウム系研磨材粒子の特性を表2に示す。ただし、解砕に関して、実施例1と2は解砕を1回行っただけであるが、比較例1では1回解砕しただけでは分級しても粗粒子が多いため、5回解砕した後に10μm以上の粒子を空気分級で低減し、セリウム系研磨材粒子を得た。また、得られたセリウム系研磨材粒子を用いて研磨試験を行った結果を表3に示す。

【0034】（比較例2）中国産炭酸希土の組成はTREOが105℃乾燥品基準で69wt%、CeO<sub>2</sub>/TREOが58%であり、この中国産炭酸希土105℃乾燥品基準で2kg（TREOは、1380g）を、実施例1で整粒に使用した槽に水10Lを張り、ゆっくり攪拌しながら入れてスラリーとした。このスラリーを、実施例1と同じように、10mol/Lの濃度のフッ酸を加え、研磨材粒子粉末重量に対して、6wt%のフッ素を含有するようにフッ化処理を行った後、濾過、乾燥、焙焼、解砕、分級を行い、セリウム系研磨材粒子を得た。ただし、解砕は、比較例1と同じように、5回繰り返した。得られたセリウム系研磨材粒子の特性を表2に示す。また、得られたセリウム系研磨材粒子を用いて研磨試験を行った結果を表3に示す。

【0035】（比較例3）中国産炭酸希土の組成はTREOが105℃乾燥品基準で69wt%、CeO<sub>2</sub>/TREOが58%であり、この中国産炭酸希土105℃乾燥品基準で2kg（TREOは、1380g）と水3Lを入れ、かつスチールボール12kgを用いたボールミルに入れ、5時間粉碎を行う。粉碎後のスラリーを、実施例1で整粒に用いた槽に移し、また、スラリーを取り出した後でボールを入れたままのボールミルの内部を水7Lで洗浄して、洗浄液を粉碎後のスラリーを入れた槽に入れた。フッ化処理以降の処理は実施例1と同じように行う。焙焼後の解砕は、実施例1と同じように、1回行う。得られるセリウム系研磨材粒子の特性を表2に示す。また、得られるセリウム系研磨材粒子を用いて研磨試験を行った結果を表3に示す。

【0036】

【表1】<表1：フッ化処理前のスラリー中の粒子の特性>

	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)	D90/D10	10μm以上の 粗粒子含有率 (wtppm)
実施例1	0.13	0.63	1.44	11.1	120
実施例2	0.16	0.59	1.21	7.6	30
比較例3	0.10	0.71	2.35	23.5	500

ここで、フッ化処理前のスラリー中の粒子とは、実施例 1 及び 2 では整粒後のスラリー中の粒子であり、比較例 1 では沈殿後のスラリー中の粒子であり、比較例 2 ではスラリー化後のスラリー中の粒子であり、比較例 3 では粉砕後のスラリー中の粒子である。しかし、比較例 1 と 2 は、粒子が粗いために  $10\mu\text{m}$  の篩をほとんど通過できず、また、SEM による観察において、比較例 1 では大部分の粒子が  $10\mu\text{m}$  以上で、比較例 2 では  $50\mu\text{m}$  以上あった。そのために、比較例 1 と 2 は、他の例と同一の条件で、レーザー回折粒径分布測定では粒度分布が測定できなかったために、表 1 に示していない。

【0037】実施例 1 及び 2 と比較例 3 を比較すると、D50 については大きな差はなく、いずれも好適な範囲内である。しかし、D90/D10 は、実施例 1 及び 2

では 15 以下であり、粒度分布の幅が狭いのに対して、比較例 3 では 23.5 と大きく、粒度分布の幅が広がっている。また、 $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子の含有率も、実施例 1 は 120wtppm、実施例 2 は 30wtppm であるのに対して、比較例 3 は 500wtppm と非常に多くなっている。実施例 1 及び 2 では、原料の粉砕工程を設けなくとも、比較例 3 よりも粒度分布が狭く、かつ粗粒子の含有率が少ないことがわかる。このことから、本発明の製造方法のように整粒工程を設けることで、セリウム系研磨材粒子の原料のスラリーの粒径分布を狭くでき、かつ粗粒子の含有率を少なくすることができる。

【0038】

【表 2】<表 2：セリウム系研磨材粒子の特性>

	TREO (wt%)	CeO <sub>2</sub> / TREO (wt%)	フッ素の 含有率 (wt%)	D50 ( $\mu\text{m}$ )	D90/ D10	比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$10\mu\text{m}$ 以上の 粗粒子含有率 (wtppm)	磁性粒子の 含有率 (wtppm)
実施例 1	94	55	5.8	1.0	12.4	5.8	300	30
実施例 2	94	55	5.7	0.85	8.5	8.5	<10	30
比較例 1	93	55	5.8	4.5	31.5	1.2	10000	450
比較例 2	92	58	5.6	6.3	32.3	0.9	50000	500
比較例 3	92	58	5.7	0.98	26.3	5.5	1000	2000

表 2 から、D50 については、実施例 1、2 及び比較例 3 では、大きな差はなく、いずれも好適範囲内であるが、比較例 1 及び 2 では、好適範囲の上限である  $3.0\mu\text{m}$  を超えている。また、D90/D10 については、実施例 1 及び 2 では、15 以下であり、粒度分布の幅が狭いが、比較例 1～3 では 20 より大きく、粒度分布の幅が広い。このことから、実施例 1 及び 2 は、整粒工程を設けることで、原料を粉砕しなくても、原料の粉砕を実施した比較例 3 と同等の D50 であって、かつ、比較例 3 よりも D90/D10 が小さく、粒度分布の幅が狭いセリウム系研磨材が得られていることがわかる。

【0039】また、 $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子の含有率に関しては、比較例 3 では好適範囲の上限値である 1000wtppm であり、実施例 1 及び 2 は 300wtppm 以下で、原料の粉砕工程を有する比較例 3 よりも大幅に少ない。さらに、原料の粉砕工程及び整粒工程を有しない比

較例 1 及び 2 では、粗粒子の含有率が多くなっている。また、磁性粒子の含有率に関しては、実施例 1 と 2 は 30wtppm であるのに対して、スチールボールを使用したボールミルによって湿式粉砕する比較例 3 では、2000wtppm と好適範囲の上限値である 300wtppm を大幅に超えている。さらに、比較例 1 と 2 は、300wtppm より多い磁性粒子を含有しているが、これは、焙焼後の解砕を 5 回実施しており、しかも、解砕前の粒子が非常に大きいため、特に初回の解砕に時間がかかり、ステンレス製の解砕装置の摩耗が、実施例 1 と 2 の場合に比べて比較にならないほど多く発生したためと考えられる。従って、本発明の整粒工程を有する製造方法では、 $10\mu\text{m}$  以上の粗粒子及び磁性粒子の少ないセリウム系研磨材粒子が得られることがわかる。

【0040】

【表 3】<表 3：研磨試験結果>

	研摩値	研摩傷	残留研摩材
実施例 1	98	○	◎
実施例 2	95	◎	◎
比較例 1	110	×	×
比較例 2	115	×	×
比較例 3	100	△	×

研摩特性に大きな影響を与えるフッ素の含有率はすべての例でほぼ同等にしている。表 3 から、実施例 1 と 2 は、研摩値に関しては、実施例 1 は 98 で、実施例 2 は 95 と比較例 1 ～ 3 と比較しても同等である。しかしながら、実施例 1 は、研摩傷が少なく精密研摩用に好適であり、実施例 2 は研摩傷がさらに少なく精密研摩用に非常に好適であることがわかる。比較例 1 と 2 は、研摩傷が多く研摩材として不適であり、比較例 3 は研摩傷があり一般研摩用として使用可能であることを示している。また、実施例 1 と 2 は、残留研摩材がほとんどなく、精密研摩用として好適であることがわかる。比較例 1 ないし 3 は、残留研摩材が多く、研摩材として不適である。以上のことから、実施例 1 と 2 は、研摩材として非常に優れていることがわかる。特に、D50 が 0.1 ～ 1.2  $\mu\text{m}$ 、D90/D10 が 15 以下、10  $\mu\text{m}$  以上の粗粒子含有率が 300wtppm 以下、磁性粒子含有率が 100wtppm 以下であり、研摩傷及び残留研摩材が少なく、研摩速度が従来のガラス研摩に用いられているもの

とほぼ同等であるため、ハードディスク用又は液晶用のガラス基板の研摩、とりわけ精密研摩に適することがわかった。

#### 【0041】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のセリウム系研摩材粒子の製造方法では、磁性粒子及び粗粒子をほとんど含有しないセリウム系研摩材粒子を製造することができる。また、本発明のセリウム系研摩材粒子では、研摩傷がなく、さらに、ガラス等の表面にほとんど研摩材が残留することのないセリウム系研摩材粒子を提供することができる。

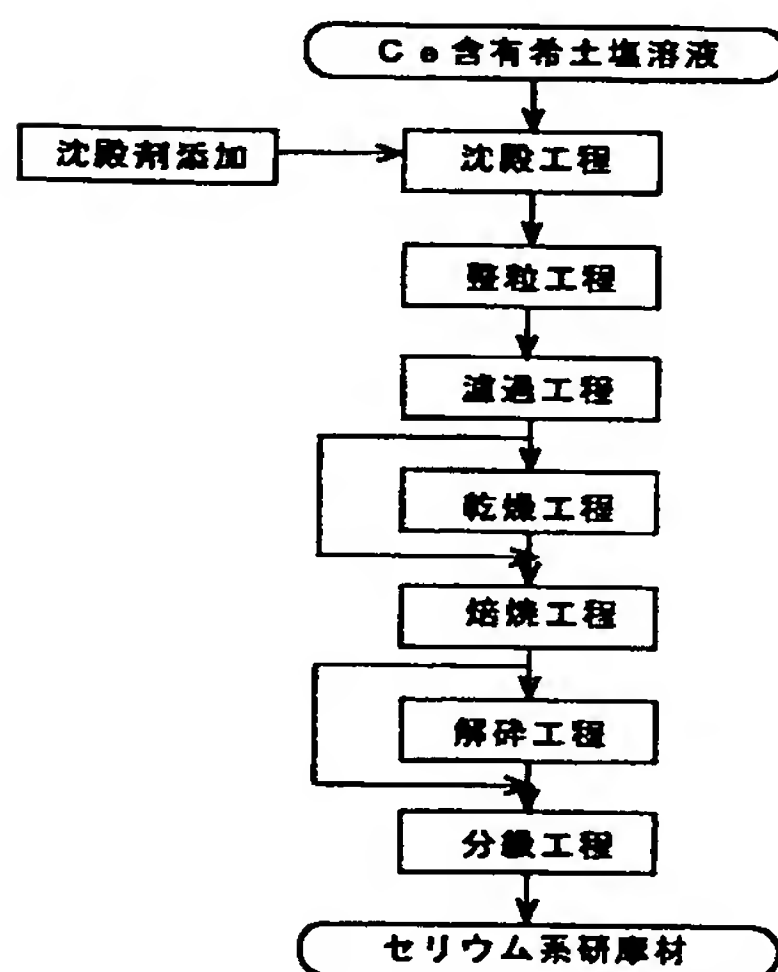
#### 【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明のセリウム系研摩材粒子の製造方法に係る製造工程を示すフローチャートである。

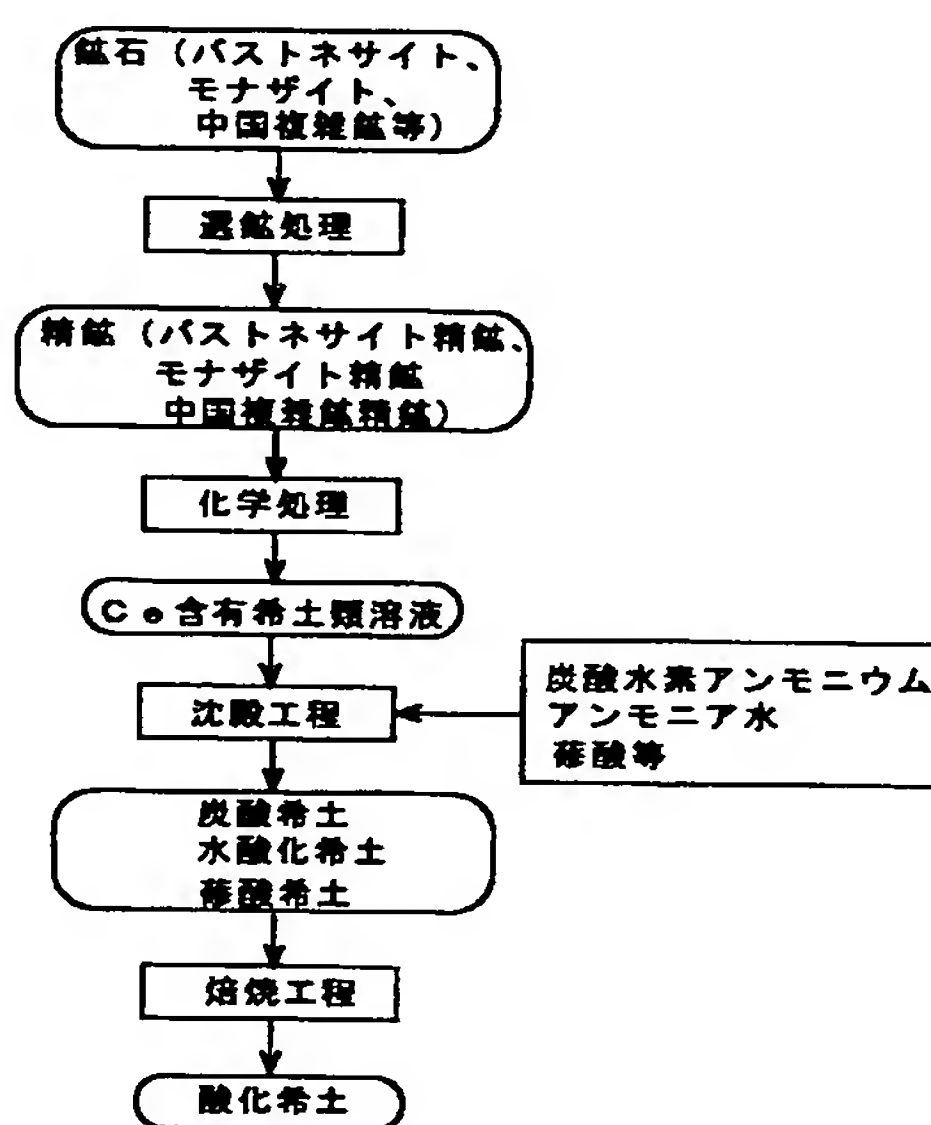
【図 2】希土類鉱石からセリウム系研摩材粒子の原料を製造する工程を示すフローチャートである。

【図 3】これらの酸化希土等を用いてセリウム系研摩材粒子を製造する工程を示すフローチャートである。

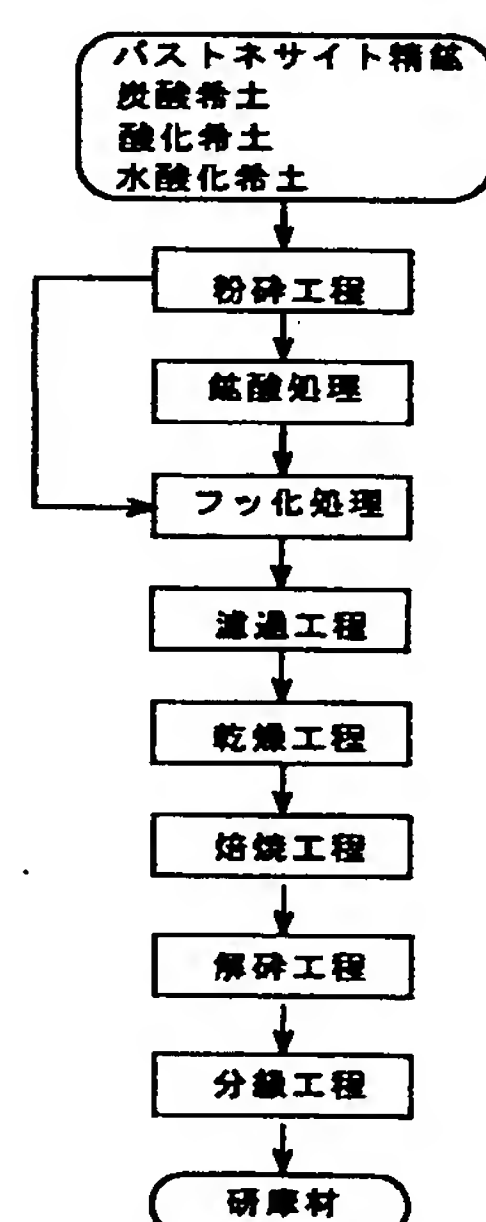
【図 1】



【図 2】



【図 3】





フロントページの続き

(72)発明者 望月 直義  
東京都品川区大崎 1 丁目11番 1 号 三井金  
属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメタ  
ル事業部内

(72)発明者 渡辺 広幸  
東京都品川区大崎 1 丁目11番 1 号 三井金  
属鉱業株式会社機能材料事業本部レアメタ  
ル事業部内

F ターム(参考) 3C058 AA09 CA01 CA06 CB02 CB10  
DA02  
4G076 AA02 AB02 BA13 BA38 BA46  
BA48 BC02 BD02 CA02 CA26  
DA30